

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	Print/Save Selected	Send Results	Display Selected	Format Free
--	---	---------------------	--------------	------------------	----------------

1. ☐ 1/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.

009637798

WPI Acc No: 1993-331347/199342

XRAM Acc No: C93-146729

Hair-dyeing agent compsn., having ease of treatment - contg.  
acidic dye(s) and organic solvents e.g. N-alkylpyrrolidone(s)

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 5238923	A	19930917	JP 9243347	A	19920228	199342 B
JP 95037371	B2	19950426	JP 9243347	A	19920228	199521

Priority Applications (No Type Date): JP 9243347 A 19920228

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 5238923	A	6	A61K-007/13	
JP 95037371	B2	6	A61K-007/13	Based on patent JP 5238923

Abstract (Basic): JP 5238923 A

The compsn. contains (A) 0.01-0.2 wt.% of an acidic dye(s) and (B) 0.5-50 wt.% of an organic solvent(s) and has a pH of 2.0-3.5, a buffering ability of at least 0.005-0.01 gram-equiv./l. The compsn. is pref. applied to the hair and rinsed in two min.. The solvent (B) is e.g. a N-alkylpyrrolidone(s) and/or a 1-4C alkylene carbonate(s).

USE - The compsn. may be applied by hand without contamination of the hand and achieves dyeing in a time as short as 2 min. or shorter, masking gray hair well.

Dwg. 0/0

Title Terms: HAIR; DYE; AGENT; COMPOSITION; EASE; TREAT; CONTAIN; ACIDIC;  
DYE; ORGANIC; SOLVENT; N; ALKYL; PYRROLIDONE

Derwent Class: D21

International Patent Class (Main): A61K-007/13

File Segment: GPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	Print/Save Selected	Send Results	Display Selected	Format Free
--	---	---------------------	--------------	------------------	----------------

© 2003 Dialog, a Thomson business

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-238923

(43)公開日 平成 5 年(1993) 9 月17日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

A 6 1 K 7/13

識別記号

庁内整理番号

8615-4C

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 2 (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-43347

(22)出願日 平成 4 年(1992) 2 月28日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目14番10号

(72)発明者 柴田 裕

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会  
社香粧品研究所内

(72)発明者 今村 孝

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会  
社香粧品研究所内

(72)発明者 斉藤 則子

東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会  
社香粧品研究所内

(74)代理人 弁理士 有賀 三幸 (外 2 名)

(54)【発明の名称】 染毛剤組成物

(57)【要約】

【構成】 次の成分 (A) 及び (B)

(A) 酸性染料

0. 0 1 ~ 0. 2 重量%

(B) 有機溶剤

0. 5 ~ 5 0 重量%

を含有し、pHが2. 0 ~ 3. 5であり、緩衝能が0. 0  
0 5 グラム当量 / 1 以上で0. 0 1 グラム当量未満であ  
ることを特徴とする染毛剤組成物及びこれを毛髪に塗布  
し2分以内にすすぎ処理を行なうことを特徴とする染毛  
方法。

【効果】 本発明染毛剤組成物を用いれば、道具を使用  
せず素手で毛髪に塗布し、1 2 0 秒以下の短時間放置し  
た後洗い流すだけで、徐々に白髪を目立たなくすること  
ができる。

1

## 【特許請求の範囲】

(A) 酸性染料

(B) 有機溶剤

を含有し、pHが2.0～3.5であり、緩衝能が0.005グラム当量/l以上で0.01グラム当量/l未満であることを特徴とする染毛剤組成物。

【請求項2】 請求項1記載の染毛剤組成物を毛髪に塗布し、2分以内にすすぎ処理を行なうことを特徴とする染毛方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は染毛剤組成物に関し、更に詳細には手袋等の道具を用いず、素手で使用し得る染毛剤であって、毛髪に塗布してから洗い流すまでの放置時間が短く、操作の簡便な染毛剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 酸性染料を配合した染毛剤は、他の染毛剤に比べて毛髪損傷性が少ないことから家庭で、また美容院で広く使用されている。しかしながら、当該酸性染料配合染毛剤は、道具を用いず、素手で塗布した場合、著しく手肌を汚すものである。従って、美容師が施術する場合は予めはえぎわにプロテクトクリーム等を塗布して地肌に染毛剤が付着しないよう注意しながら、手袋やコーム等の道具を使用して塗布し、加温して10～30分間放置することにより高い染毛効果を得ている。一方、家庭で染毛する場合は、手袋やコーム等の道具を使用して、手肌が汚れない様に注意し、かつ塗布後10～30分放置することにより行なわれている。

【0003】 このように従来の酸性染料配合染毛剤は、手肌を汚す、操作が煩雑等の欠点を有するため、近年これを解決すべく種々の検討がなされてきた。その一つとして、酸性染料濃度の低い染毛剤をヘアリンスと同様の用法で使用するにより、白髪を徐々に目立たなくさ

(A) 酸性染料

(B) 有機溶剤

を含有し、pHが2.0～3.5であり、緩衝能が0.005グラム当量/l以上で0.01グラム当量/l未満であることを特徴とする染毛剤組成物を提供するものである。

【0007】 本発明の染毛剤組成物の(A)成分である酸性染料としては、ニトロ染料、アゾ染料、ニトロソ染料、トリフェニルメタン染料、キサントン染料、キノリン染料、アントラキノン染料、インジゴ染料等が挙げられ、具体的には、赤色2号、赤色3号、赤色102号、赤色104号、赤色105号、赤色106号、黄色4号、黄色5号、緑色3号、青色1号、青色2号、赤色201号、赤色227号、赤色220号、赤色230号、赤色231号、赤色232号、橙色205号、橙色207号、黄色202号、黄色203号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、青色202号、青色203

2

## 【請求項1】 次の成分(A)及び(B)

0.01～0.2重量%

0.5～50重量%

せる手段が開発された。この染毛剤は、素手で使用しても汚れが少ないこと、染毛剤を塗布してから洗い流すまでの放置時間が約5分と比較的短いこと等の利点を有している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、この染毛剤も放置時間が約5分必要であることから、通常のヘアリンス剤に比べ、未だその簡便性において充分満足できるものではなかった。従って本発明の目的は素手で使用しても手肌の汚れが少なく、より短い放置時間で徐々に白髪が目立たなくなる等の染毛効果に優れた染毛剤組成物を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 既に、本発明者らは酸性染料及び有機溶媒を有し、pH2.0～4.5であり、緩衝能が0.01～0.2グラム当量/lである染毛剤組成物がこの課題を解決することを見い出しているが(特願平3-241235号公報)、更に緩衝能が0.005以上0.01未満(グラム当量/l)であっても低pHであれば、前報(特願平3-241235号公報)に近い染毛効果を有することを見い出した。すなわち低濃度の酸性染料と有機溶剤を含み、pHが2.0～3.5であり、更に0.005以上0.01未満(グラム当量/l)の緩衝能を付与した染毛剤組成物が、手肌に対する汚れが少なく、120秒以下という短い放置時間で、徐々に白髪を目立たなくする効果に優れていることを見出し、本発明を完成させた。

【0006】 すなわち、本発明は次の成分(A)及び(B)

0.01～0.2重量%

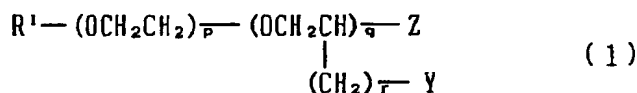
0.5～50重量%

号、青色205号、かつ色201号、赤色401号、赤色502号、赤色503号、赤色504号、赤色506号、橙色402号、黄色402号、黄色403号、黄色406号、黄色407号、緑色401号、緑色402号、紫色401号、黒色401号等が用いられる。このうち、染毛力の観点より好ましい酸性染料は、黄色4号、緑色204号、赤色2号、赤色102号、緑色3号、青色1号、青色205号、黄色403号、赤色106号、赤色201号、橙色205号、黒色401号、緑色201号又は紫色401号であり、就中黒色401号、紫色401号、橙色205号、黄色403号又は赤色106号が特に好ましい。なお、これらの酸性染料は1種又は2種以上を混合して用いることができる。

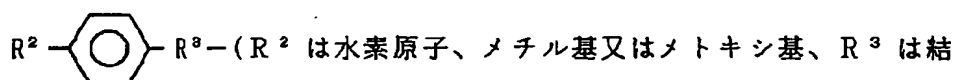
【0008】 上記酸性染料の配合量は、組成物中0.01～0.2重量%(以下、単に%で示す)であるが、染

毛力と手肌の汚れの抑制を両立させる観点より、0.02～0.1%、特に0.03～0.08%が好ましい。酸性染料の配合量が0.01%未満であると短かい放置時間で十分な染毛効果は得られず、0.2%を超えると手肌の汚れが著しく、実使用上問題がある。

【0009】(B)成分である有機溶剤としては、次式



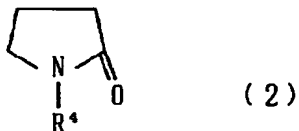
〔式中、 $R^1$  は水素原子、低級アルキル基又は基



合手又は炭素数1～3の飽和もしくは不飽和の二価の炭化水素基)を示し、 $Y$ 及び $Z$ は水素原子又は水酸基を示し、 $p$ 、 $q$ 及び $r$ は0～5の整数を示す。但し、 $p=q=r=0$ で $Z=H$ の場合、及び $p=q=r=0$ で $R^1=H$ 、 $Z=OH$ の場合を除く〕

【0011】

【化2】



〔式中、 $R^4$  は炭素数1～18の直鎖又は分岐鎖のアルキル基を示す〕

【0012】これらの有機溶剤の具体例としては、例えばエタノール、イソプロパノール、 $n$ -プロパノール、 $n$ -ブタノール、イソブタノール、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、ベンジルアルコール、シンナミルアルコール、フェネチルアルコール、 $p$ -アニシルアルコール、 $p$ -メチルベンジルアルコール、フェノキシエタノール、2-ベンジルオキシエタノール、メチルカルビトール、エチルカルビトール、プロピルカルビトール、ブチルカルビトール、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、グリセリン、 $N$ -メチルピロリドン、 $N$ -オクチルピロリドン、 $N$ -ラウリルピロリドン等が挙げられる。

【0013】かかる有機溶剤の配合量は0.5～50%、特に1～35%が好ましい。0.5%未満では短かい放置時間で十分な染毛効果が得られず、50%を超え

(1)で表わされる化合物、次式(2)で表わされる $N$ -アルキルピロリドン又は炭素数1～4のアルキレンカーボネートが挙げられる。

【0010】

【化1】

て配合しても、効果の向上は認められない。

【0014】本発明染毛剤組成物のpH(10%水溶液として測定)は2.0～3.5であり、より好ましくは2.5～3.5、特に好ましくは2.5～3.0である。pHが3.5を超えると染毛剤を毛髪に塗布した後の放置時間が短縮されず好ましくなく、pHが2.0未満であると酸成分による手肌への刺激が問題となる。

【0015】また、本発明染毛剤組成物は、本組成物の10%水溶液の緩衝能が0.005グラム当量/l以上で0.01グラム当量/l未満であることが必要である。ここで、本発明における緩衝能とは、25℃における染毛剤組成物の10%水溶液のpHを初期の値から1上昇させるのに要する塩基の濃度を尺度として次式により求められる値である。

【0016】

【数1】

$$\text{緩衝能} = \left| \frac{d C_B}{d p H} \right|$$

〔式中、 $C_B$ は塩基のイオン濃度（グラム当量／ℓ）を示す〕

【0017】当該緩衝能が0.005グラム当量／ℓ未満であると短い放置時間で十分な効果が得られず、好ましくない。

【0018】このような緩衝能は、染毛剤組成物にpH緩衝剤、界面活性剤、キレート剤、染料、防腐剤等を添加することによって付与することができる。このうち、pH緩衝剤としては、pH2.0～3.5の範囲で緩衝作用を有する有機酸又は無機酸及び／又はその塩を用いることができる。有機酸としては、例えばクエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、乳酸、フマル酸、リンゴ酸、レブリン酸、酪酸、吉草酸、シュウ酸、マレイン酸、フマル酸、マンデル酸等を挙げることができ、無機酸としては、例えばリン酸、硫酸、硝酸等を挙げることができる。また、これらの酸の塩としては、例えばナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩、トリエタノールアミン塩などのアルカノールアミン塩等を挙げることができる。緩衝能を与える化合物の配合量は特に規定されるものではなく、緩衝能を与える化合物の種類によって異なる。例えば、主に緩衝能を与える化合物として、クエン酸ナトリウム塩を用いた場合は、約1重量%以上の濃度で配合される。

【0019】また、本発明の染毛剤組成物には、本発明の効果を損なわない範囲で各種界面活性剤、カチオン性重合体、油性成分、ヒドロキシエチルセルロースやキサンタンガム等の増粘剤、シリコーン誘導体、香料、防腐剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、殺菌剤等を配合してもよい。ここで界面活性剤としてはオレフィンスルホン酸、アルカンスルホン酸、脂肪酸アルキルエーテルカルボン酸、N-アシルアミノ酸等のアニオン界面活性剤；アミドベタイン、カルボベタイン、ヒドロキシスルホベタイン等の両性界面活性剤；モノもしくはジアルキル第4級アンモニウム塩等のカチオン界面活性剤；ポリオキシアルキレンアルキルエーテル等の非イオン界面活性剤のいずれも用いることができる。また、カチオン性重合体としてはカチオン化セルロース、カチオン化澱粉、カチオン化グアガム、ジアリル4級アンモニウム塩重合体、ジアリル4級アンモニウム塩／アクリルアミド共重合体、ヒドロキシエチルセルロースジメチルジアリル4

級アンモニウム共重合体等が挙げられる。また、油性成分としては脂肪酸エステル類、直鎖又は分岐鎖のアルキルグリセリルエーテル、分岐の高級アルコール等が挙げられる。

【0020】本発明染毛剤組成物は上記成分を混合して常法により製造でき、その使用方法是通常のヘアリンスに極めて類似している。すなわち、本発明染毛剤組成物を、道具を用いず素手で取り、毛髪に塗布した後、120秒以下の時間放置した後、すすげばよい。約5～10回の使用で、白髪が目立たなくなる等の染毛効果が得られる。染毛効果の観点から、放置時間は30秒～120秒が好ましい。放置時間を120秒以上とした場合でも、白髪が目立たなくなる染毛効果の大幅な向上は見られない。

【0021】

【発明の効果】本発明染毛剤組成物は、道具を使用せず素手で毛髪に塗布しても手肌の汚れが少なく、120秒以下の短時間放置した後洗い流すだけで、徐々に白髪を目立たなくすることができる染毛効果の優れたものである。

【0022】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0023】実施例1～3

乾燥した白髪の毛束約10gをシャンプーした後、水を切り（水を切った後の毛束の重量は17g）これに表1の組成物各3gを素早く均一に塗布した後、35℃にて一定時間放置し、すすいだ。乾燥した後、シャンプーし、同様な操作を繰り返し、毛髪の染まりを評価した。なお、染まり（ΔE）は以下の如くして評価した。

（1）染まり（ΔE）

染色毛束を色差計（ミノルタ社製CR200）でL、a、b値を測定し、未染色毛との色差（ΔE）を求め、染まりを評価した。なお、ΔEはその数値が大きい程染まりがよいことを表わす。

【0024】

【表1】

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	実施例 1	実施例 2	実施例 3
(1) エタノール (%)	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
(2) ベンジルアルコール (%)	3.0	3.0	5.0	3.0	3.0	5.0
(3) クエン酸 (%)	0.5	0.5	1.3	1.3	1.3	2.0
(4) 黒色 401 号 (%)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.005
(5) 紫色 401 号 (%)	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008	0.005
(6) 橙色 205 号 (%)	0.035	0.035	0.0035	0.035	0.035	0.035
(7) ヒドロキシエチルセルロース (%)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8) NaOH	適量	適量	適量	適量	適量	適量
(9) 精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
pH (10重量%水溶液)	4.0	4.0	4.2	3.3	3.0	2.8
緩衝能 (グラム当量/l)	0.003	0.003	0.006	0.006	0.006	0.009
放置時間 (秒)	30	300	30	30	120	60
染毛時 (1回) の染まり (ΔE)	7	11	8	11	12	13
染毛時 (5回) の染まり (ΔE)	13	19	13	19	20	20

注1) 比較例1～3及び実施例1～3は、精製水及びNaOH以外の配合成分を全量混合した後、所定の組成物及びpHとなる様に、NaOH及び精製水を加えて調製した。

【0025】表1より本発明品は短い放置時間で良好な染毛効果を示すことがわかる。また、本発明品は手肌の汚れも石鹸洗浄で容易に落ちた。

#### 【0026】比較例4

前頭部の白髪率が約10%である40歳台女性モニター10名に対して、シャンプーした後、美容師が比較例1(表1)の組成物を約15g塗布し、35℃で30秒間放置した後、すすぎ、更にドライヤーで乾燥させた。同様な操作を更に4回繰り返した後、10名のパネラーにより白髪の目立ちを、目視で評価した。その結果を表2に示す。

#### 【0027】実施例4

前頭部の白髪率が約10%である40歳台女性モニター

10名に対して、シャンプーした後、美容師が実施例1(表1)の組成物を約15g塗布し、35℃で30秒間放置した後、すすぎ、更にドライヤーで乾燥させた。同様な操作を更に4回繰り返した後、10名のパネラーにより白髪の目立ちを目視で評価した。その結果を表2に示す。

#### 【0028】実施例5

前頭部の白髪率が約10%である40歳台女性モニター10名に対して、シャンプーした後、美容師が下記に示す染毛剤組成物を約15g塗布し、35℃で90秒間放置した後、すすぎ、更にドライヤーで乾燥させた。同様な操作を更に4回繰り返した後、10名のパネラーにより白髪の目立ちを目視で評価した。その結果を表2に示す。

す。また、染毛剤塗布後の美容師の手の汚れは、石鹼洗浄によって落ちた。なお、調製方法は実施例1～3と同

様に行ない、pHは3.0、緩衝能は0.007グラム当量/1であった。

#### 配合成分

- (1) 1, 3-ブタンジオール
- (2) 2-ベンジルオキシエタノール
- (3) クエン酸
- (4) 黒色401号
- (5) 紫色401号
- (6) 赤色106号
- (7) 橙色205号
- (8) キサンタンガム
- (9) NaOH
- (10) 精製水

#### 配合量 (%)

- 20
- 5
- 1.5
- 0.006
- 0.003
- 0.004
- 0.035
- 1.0
- pH3.0となる量
- バランス

【0029】

【表2】

	白髪が目立ちに 変化がなかった	白髪がやや 目立たなくなった	白髪が目立 たなくなった
比較例4	72	26	2
実施例4	39	52	9
実施例5	29	60	11

注2) 各モニターの試験使用前後の頭髪の状態の変化を、パネラーが観察して試験使用前と比較して「白髪が目立ちに変化がなかった」「白髪がやや目立たなくなった」「白髪が目立たなくなった」の3グループに分類した。10名のモニターを10名のパネラーが評価し、合計100名分の評価を得た。

#### 【0030】実施例6

下記組成物は、頭髪に塗布してからすすぐまでの時間が30秒(35℃)の条件で、約5回の使用によって、白髪が目立たなくなる等の良好な染毛効果に示した。また、染毛剤塗布時の手の汚れは石鹼洗浄によって落ち

た。なお、この組成物の調製方法は実施例1～3と同様に行ない、pHは3.3であった。また下記の組成物の緩衝能は0.008グラム当量/1であった。

#### 【0031】実施例6

#### 配合成分

- (1) エタノール
- (2) ベンジルアルコール
- (3) 乳酸
- (4) 黒色401号
- (5) 紫色401号
- (6) 黄色403号
- (7) 橙色205号
- (8) ヒドロキシエチルセルロース
- (9) NaOH
- (10) 精製水

#### 配合量 (%)

- 20
- 5
- 1.5
- 0.004
- 0.005
- 0.009
- 0.030
- 1.5
- pH3.3となる量
- バランス